PCT

国際事務局 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

世界知的所有権機関



(51) 国際特許分類6 D01F 6/48

(11) 国際公開番号 A1 WO98/40545

(43) 国際公開日

1998年9月17日(17.09.98)

(21) 国際出願番号

PCT/JP98/00964

(22) 国際出願日

1998年3月10日(10.03.98)

(30) 優先権データ

特願平9/56624 特願平9/206414 1997年3月11日(11.03.97) JP 1997年7月31日(31.07.97) JP

(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 鐡淵化学工業株式会社(KANEKA CORPORATION)[JP/JP] 〒530-0005 大阪府大阪市北区中之島3丁目2-4 Osaka, (JP)

(72) 発明者;および

(75) 発明者/出願人(米国についてのみ)

山根一正(YAMANE, Kazumasa)[JP/JP]

〒675-1215 兵庫県加古川市上荘町都台3-2-10 Hyogo, (JP)

横山 浩(YOKOYAMA, Hiroshi)[JP/JP]

〒674-0061 兵庫県明石市大久保町森田37-12 Hyogo, (JP)

久保勇治(KUBO, Yuji)[JP/JP]

〒675-0128 兵庫県加古川市別府町中島町15 Hyogo, (JP)

沖野育郎(OKINO, Ikuo)[JP/JP]

〒651-2275 兵庫県神戸市西区樫野台3-13-14 Hyogo, (JP)

(74) 代理人

弁理士 柳野隆生(YANAGINO, Takao) 〒532-0003 大阪府大阪市淀川区宮原1-15-5 ノスクマードビル Osaka, (JP)

(81) 指定国

CN, KR, US.

添付公開書類

国際調査報告書

(54) Title: VINYL CHLORIDE FIBERS AND PROCESS FOR PREPARING THE SAME

(54)発明の名称 塩化ビニル系繊維およびその製造方法

(57) Abstract

Fine-denier vinyl chloride fibers having three-quarter luster to half luster surfaces and touch very close to human hairs, and a process for preparing the same. The fibers are prepared from a vinyl chloride resin composition prepared by incorporating (a) 1 to 35 parts by weight of an ethylene/vinyl acetate resin, (b) 0.2 to 5.0 parts by weight of a heat stabilizer, and (c) 0.2 to 5.0 parts by weight of a lubricant into 100 parts by weight of a vinyl chloride mixture comprising 100 to 60 % by weight of a vinyl chloride resin and 0 to 40 % by weight of a chlorinated vinyl chloride resin. The process comprises melt-spinning the resin composition. The fibers are useful as an artificial hair fiber for the decoration of the hair or as a hair fiber for dolls, such as a doll hair.

(57) 要約

人毛に極めて類似した七部艶~半艶表面、手触り触感を兼ね備えた細繊度の塩化ビニル系繊維およびその製造方法であり、塩化ビニル系樹脂100~60重量%と塩素化塩化ビニル系樹脂0~40重量%からなる塩化ビニル系混合物100重量部に対して、(a)エチレン-酢酸ビニル系樹脂を1~35重量部と、(b)熱安定剤0.2~5.0重量部と、(c)滑剤0.2~5.0重量部とを配合してなる塩化ビニル系樹脂組成物からなる塩化ビニル系繊維、および、前記樹脂組成物を溶融紡糸する塩化ビニル系繊維の製造方法であり、この塩化ビニル系繊維は、頭髪装飾用などの人工毛髪用繊維として、あるいはドールへアーなどの人形用頭髪繊維として有用である。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

サナナ エニトトパアドーナリ アアリライ・ス・ア アアリライ・ス・ア アアリライ・ス・ア アアリティ・ス・ア アアオオアボバベブブベブベカ中コスコカ中キチドデエス LMTUZABEFGJRYAFGH1MNUYZEKES LMTUZABBBBBBBBBCCCCCCCCCCCDDEE

明細書

塩化ビニル系繊維およびその製造方法

技術分野

....

本発明は、かつら、ヘア・ピース、ブレード、エクステンションヘアー、アクセサリーヘアーなどの頭髪装飾用に用いられる人工毛髪、或いはドールヘアー等の人形用頭髪繊維などとして使用される塩化ビニル系繊維、およびその製造方法に関するものである。

背景技術

塩化ビニル系樹脂を紡糸して繊維状にしてなる塩化ビニル系繊維は、その優れた強度、伸度、カール保持性、スタイル性などの故に、頭髪装飾用などの人工毛髪用繊維として、あるいはドールへアーなどの人形用頭髪繊維として多量に使用されている。

従来、頭髪装飾用などの人工毛髪用繊維として、細繊度(断面積が小さく、細い繊維)の繊維を工業的に製造するには、一般的に塩化ビニル系樹脂に対する溶媒を使用する湿式紡糸法、または乾式紡糸法によって、細い繊度の塩化ビニル系繊維を製造する方法が工業的に実施されている。しかしながら、該方法は、溶媒を使用するが故に脱溶媒工程を必要とし、過大な設備投資が必要であり、その設備の維持管理にも多数の人手を必要とするという問題点がある。また、溶媒に対する溶解性を向上するべく、アクリロニトリルなどのコモノマーを共重合する為、繊維の初期着色性に弱点があり、乾燥工程での熱によって黄色味の強い毛髪になり易いという問題点、あるいは繊維のカール保持性が充分でないなどの問題点がある。

一方、溶媒を使用しない紡糸方法としては溶融紡糸法が知られているが、この方法によって、人毛に極めて類似した半艶表面(艶の評価については、実施例に評価基準を示した。)、触感の頭髪装飾用などの細繊度の人工毛髪用繊維を得る為には、1ケの断面積が極めて小さいノズル孔(0.5 m m ²以下)から溶融・流出させ、紡糸ドラフト比を小さくする(D r 比:25 以下)のが好ましい。す

なわち、逆に大きな断面積のノズル孔から溶融・流出させて、細繊度の塩化ビニル系繊維とすると、必然的に紡糸ドラフト比を大きくする必要があり、溶融紡糸時に未延伸糸が極端に引き伸ばされることになるため、この未延伸糸に延伸・熱処理を施してなる繊維(延伸糸)表面が、平滑になり、光沢が出て、サラサラ触感がなくなるなど頭髪装飾用などの人工毛髪用繊維としては不十分な繊維となる傾向があった。故に、頭髪装飾用などの人工毛髪用繊維として品質的に優れた繊維を得る為には、できる限り1ケの断面積が小さいノズル孔から溶融・流出させ、紡糸ドラフト比を小さくするのが好ましい。

しかしながら、従来は1ケの断面積が極めて小さいノズル孔から流出させる場合には、ノズルにかかる圧力が高くなり、押出機の設計圧力をオーバーしてしまうという問題や、その圧力を定格以下とするべく、押出量を低くすると、溶融紡糸生産性が低下するという問題、あるいは溶融粘度を低くする為に、溶融紡糸温度を高く設定すると、熱分解を発生したり、ロングラン性が劣るような傾向があった。

故に、これらの問題を解決するべく、従来から様々な提案がなされているが、十分な解決には至っていない。例えば、特公昭51-2109号公報では、塩素化塩化ビニル樹脂とメチルメタクリレート系樹脂を使用することにより、曳糸性を向上するという提案があるが、比較的大きな断面から小さな断面へと引き伸ばして、細繊度とする為、繊維表面が平滑になり光沢が発生しやすく、人毛に類似した半艶表面からかけ離れるたものになるばかりでなく、サラサラとした触感がなくなり、毛髪用繊維として不十分であった。また、組成物の溶融粘度を低下するべく、カドミウムや鉛を使用したCd-Pb系の熱安定剤、滑剤を使用する方法が工業的に実施されている。しかしこれらの配合剤を使用すると、ノズル圧力の問題や溶融紡糸生産性の問題などは解決できるものの、初期着色が大きく、黄色味の強い毛髪になりやすい。また、これらの配合剤は毒性が高く、製造上問題があるばかりでなく、頭髪装飾用として皮膚に触れる為に安全衛生上の問題がある。また、これらの頭髪装飾用品などが廃棄される場合、一般ゴミに混入して環境を汚染するという問題もある。

発明の開示

本発明の第1の目的は、従来公知のCd-Pb系の熱安定剤、滑剤を使用しなくても、初期着色性を大幅に改善しつつ、人毛に極めて類似した半艶表面、触感、柔軟性を保持し、また優れた強度、伸度、収縮性を保持した細繊度の塩化ビニル系繊維を提供することにあり、第2の目的は、従来公知の錫系安定剤を使用した塩化ビニル系繊維の品質課題であるプラチック的触感、キラキラ感のある表面性、ゴワゴワとした指巻き触感、熱収縮性などを改善し、安全に、かつ安定的に生産できる細繊度の塩化ビニル系繊維およびその製造方法を提供することにある。さらに第3の目的は、1ケのノズル断面積が極めて小さいノズル孔から溶融紡糸する際の諸問題点を解決し、ノズル圧力と溶融紡糸生産性を高度にバランスし、さらに、溶融紡糸温度と熱分解・ロングラン性のバランスをレベルアップした細繊度の塩化ビニル系繊維の製造方法を提供することにある。

本発明者らは、上記課題を解決するべく、組成物の配合系、ノズル孔断面積、溶融紡糸条件などについて、鋭意研究を重ねた結果、塩化ビニル系樹脂と塩素化塩化ビニル系樹脂からなる塩化ビニル系混合物にエチレン一酢酸ビニル系樹脂、熱安定剤、および滑剤を特定範囲で配合した場合には、CdーPb系の熱安定剤、滑剤等を使用しなくても人毛に極めて類似した半艶表面、触感等を保持し、前記品質問題を解決した細繊度の繊維を溶融紡糸生産性を低下させることなく安定的に得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

すなわち本発明は、塩化ビニル系樹脂100~60重量%と塩素化塩化ビニル系樹脂0~40重量%からなる塩化ビニル系混合物100重量部に対して、(a)エチレンー酢酸ビニル系樹脂を1~35重量部と、(b)熱安定剤0.2~5.0重量部とを配合してなる塩化ビニル系樹脂組成物からなる塩化ビニル系繊維であり、前記熱安定剤(b)は錫系熱安定剤、Ca-Zn系熱安定剤、ハイドロタルサイト系熱安定剤、およびゼオライト系熱安定剤からなる群の内から選択される少なくとも1種を用いることができ、また前記滑剤(c)はカドミウムや鉛を含有しない金属石鹸系滑剤、ポリエチレン系滑剤、高級脂肪酸系滑剤、ペンタエリスリトール系滑剤、高級アルコール系滑剤、およびモンタン酸ワックス系滑剤からなる群の内から選択される少なくとも1種を

用いることができる。

また塩化ビニル系樹脂90~75重量%と塩素化塩化ビニル系樹脂10~25 重量%からなる塩化ビニル系混合物100重量部に対して、(a)エチレン一酢 酸ビニル系樹脂を1~35重量部と、(b)メルカプト錫系熱安定剤、マレエー ト錫系熱安定剤、およびラウレート錫系熱安定剤からなる群の内から選択される 少なくとも1種の熱安定剤を0.2~5.0重量部と、(c)カドミウムや鉛を含 有しない金属石鹸系滑剤、ポリエチレン系滑剤、およびペンタエリスリトール系 滑剤からなる群の内から選択される少なくとも1種の滑剤を0.2~5.0重量部 とを配合してなる塩化ビニル系樹脂組成物を用いることができ、さらに、塩化ビ ニル系樹脂100重量部に対して、(a)エチレン一酢酸ビニル系樹脂を1~3 5重量部と、(b)メルカプト錫系熱安定剤、マレエート錫系熱安定剤、および ラウレート錫系熱安定剤からなる群の内から選択される少なくとも1種の熱安定 剤を0.2~5.0重量部と、(c)カドミウムや鉛を含有しない金属石鹸系滑剤 、ポリエチレン系滑剤、およびペンタエリスリトール系滑剤からなる群の内から 選択される少なくとも1種の滑剤を0.2~5.0重量部とを配合してなる塩化ビ ニル系樹脂組成物を用いることもできる。

本発明にかかる塩化ビニル系樹脂は塩化ビニル単独樹脂、エチレン-塩化ビニル共重合樹脂、および酢酸ビニルー塩化ビニル共重合樹脂からなる群の内から選択される少なくとも1種の樹脂であり、かつ塩素化塩化ビニル系樹脂は、重合度350~1100の原料塩化ビニル樹脂を用いて塩素含有量60~70重量%にしたものを用いることが好ましい。

一方、本発明の製造方法は、塩化ビニル系樹脂100~60重量%と塩素化塩化ビニル系樹脂0~40重量%からなる塩化ビニル系混合物100重量部に対して、(a)エチレン-酢酸ビニル系樹脂を1~35重量部と、(b)熱安定剤0.2~5.0重量部と、(c)滑剤0.2~5.0重量部とを配合してなる塩化ビニル系樹脂組成物を溶融紡糸して塩化ビニル系繊維とするものである。

前記熱安定剤(b)は錫系熱安定剤、Ca-Zn系熱安定剤、ハイドロタルサイト系熱安定剤、およびゼオライト系熱安定剤からなる群の内から選択される少なくとも1種を用いることができ、また、前記滑剤(c)はカドミウムや鉛を含有し

ない金属石鹸系滑剤、ポリエチレン系滑剤、高級脂肪酸系滑剤、ペンタエリスリトール系滑剤、高級アルコール系滑剤、およびモンタン酸ワックス系滑剤からなる群の内から選択される少なくとも1種を用いるができる。

また塩化ビニル系樹脂90~75重量%と塩素化塩化ビニル系樹脂10~25 重量%からなる塩化ビニル系混合物100重量部に対して、(a)エチレン-酢 酸ビニル系樹脂を1~35重量部と、(b)メルカプト錫系熱安定剤、マレエー ト錫系熱安定剤、およびラウレート錫系熱安定剤からなる群の内から選択される 少なくとも 1 種の熱安定剤を 0 . 2 ~ 5 . 0 重量部と、(c)カドミウムや鉛を含 有しない金属石鹸系滑剤、ポリエチレン系滑剤、およびペンタエリスリトール系 滑剤からなる群の内から選択される少なくとも1種の滑剤を0.2~5.0重暈部 とを配合してなる塩化ビニル系樹脂組成物を溶融紡糸して塩化ビニル系繊維とす ることができ、さらに、塩化ビニル系樹脂100重量部に対して、(a)エチレ ン-酢酸ビニル系樹脂を1~35重量部と、(b)メルカプト錫系熱安定剤、マ レエート錫系熱安定剤、およびラウレート錫系熱安定剤からなる群の内から選択 される少なくとも1種の熱安定剤を0.2~5.0重量部と、(c)カドミウムや 鉛を含有しない金属石鹸系滑剤、ポリエチレン系滑剤、およびペンタエリスリト ール系滑剤からなる群の内から選択される少なくとも1種の滑剤を0.2~5.0 重量部とを配合してなる塩化ビニル系樹脂組成物を溶融紡糸して塩化ビニル系繊 維とすることもできる。

本発明の製造方法は、本発明の塩化ビニル系樹脂組成物を溶融紡糸するに際し、1ケのノズル孔の断面積が0.5mm²以下のノズル孔から溶融·流出せしめることができる。

また、前記溶融紡糸するに際し、1ケのノズル孔の断面積が0.5 mm²以下のノズル孔から溶融・流出せしめ、300デニール以下の未延伸糸を製造し、次いで、この未延伸糸に延伸処理、熱処理を施して、100デニール以下の繊維とすることもできる。

さらに、本発明の塩化ビニル系樹脂組成物をノズル圧力500Kg/cm²以下、樹脂温度195℃以下で、ノズル孔から溶融·流出せしめると同時に、紡糸ドラフト比を25以下の条件下で、未延伸糸を引取る方法も用いることができ、

溶融紡糸のダイ先端部に使用するノズルに存在するノズル孔が、50~300ケであり、該ノズル孔が、円状、楕円状、長方形状、または正方形状に配列され、隣接するノズル孔の中心間(異形断面形状にあっては、該断面の重心間)の距離が、少なくとも、0.8mm以上となる様に配列されているノズルを用いることもできる。

本発明に使用する塩化ビニル系樹脂とは、従来公知の塩化ビニルの単独重合物であるホモポリマー樹脂、または従来公知の各種の共重合樹脂であり、特に限定されるものではない。該共重合樹脂としては、従来公知の共重合樹脂を使用でき、塩化ビニルー酢酸ビニル共重合樹脂、塩化ビニループロピオン酸ビニル共重合樹脂などの塩化ビニルとビニルエステル類との共重合樹脂、塩化ビニルーアクリル酸プチル共重合樹脂、塩化ビニルーアクリル酸2エチルヘキシル共重合樹脂などの塩化ビニルとアクリル酸エステル類との共重合樹脂、エチレンー塩化ビニル共重合樹脂、塩化ビニループロピレン共重合樹脂などの塩化ビニルとオレフィン類との共重合樹脂、塩化ビニループロピレン共重合樹脂などが代表的に例示される。特に好ましくは、塩化ビニル単独樹脂、エチレンー塩化ビニル共重合樹脂、酢酸ビニルー塩化ビニル共重合樹脂などを使用するのが良い。該共重合樹脂に於いて、コモノマーの含有量は特に限定されず、成形加工性、糸特性などの要求品質に応じて決めることができる。特に好ましくは、コモノマーの含有量は、2~30%である。

本発明に使用する塩化ビニル系樹脂の粘度平均重合度は、450~1800であることが望ましい。450未満であると、繊維の特性、特に熱収縮率、カール保持性、艶状態などが劣る傾向があり好ましくない。逆に、1800を越えると、溶融粘度が高くなる為、ノズル圧力が高くなり、安全な製造が困難になる。これら成形加工性と繊維特性とのバランスから、塩化ビニル単独樹脂を使用する場合は、粘度平均重合度が650~1450の領域が特に好ましく、共重合樹脂を使用する場合は、コモノマーの含有量にも依存するが、粘度平均重合度は、1000~1700の領域が特に好ましい。

また本発明に使用する塩化ビニル系樹脂は、乳化重合、塊状重合または懸濁重合などによって製造したものを使用できるが、繊維の初期着色性などを勘案して

、懸濁重合によって製造したものを使用するのが好ましい。

本発明に使用する塩素化塩化ビニル系樹脂とは、塩化ビニル系樹脂を原料とし、これに塩素を付加反応せしめ、塩素含有量を58~72重量%、好ましくは60~70重量%に高めたものを使用するのが好ましいが、主たる目的として、繊維の熱収縮率を低下せしめる為に使用することができる。また該塩素化塩化ビニル系樹脂は、粘度平均重合度(原料塩化ビニル系樹脂の粘度平均重合度)が300~1100であることが好ましい。該粘度平均重合度が300未満であると、繊維の熱収縮率を低下せしめる効果が小さくなるので収縮率のやや高い繊維となる。逆に、該粘度平均重合度が1100を越えると、溶融粘度が高くなり、紡糸時のメズル圧力が高くなるため、安全操業が困難になる傾向がある。より好ましくは、粘度平均重合度は、350~1100のものが良く、特には500~900のものが良い。また、前記塩素含有量については、58重量%未満であると繊維の熱収縮率を低下せしめる効果が小さくなり、逆に72重量%を越えると、溶融粘度が高くなって安定操業が困難となる傾向があり好ましくない

該塩素化塩化ビニル系樹脂の原料となる塩化ビニル系樹脂は、前述の塩化ビニル系樹脂と同様であるが、塩化ビニル単独樹脂またはエチレン-塩化ビニル共重合樹脂を原料として使用している場合が、特に好ましい。

本発明に於いては、塩化ビニル系樹脂と塩素化塩化ビニル系樹脂の使用比率は、(塩化ビニル/塩素化塩化ビニル)=(100~60重量%/0~40重量%)の塩化ビニル系混合物とすることが好ましい。前記塩化ビニルが60重量%未満であると塩素化塩化ビニル系樹脂が過剰となるため、溶融粘度が高くなり、溶融紡糸時のノズル圧力が高くなって、安全操業が困難になる傾向があり好ましくない。尚、塩化ビニル系樹脂の比率が高い場合には、熱収縮率の高い繊維になる傾向があり、目的に応じて、使用比率は適宜調整して用いることができる。

本発明に於いては、主たる目的として、繊維の柔軟性を高め、柔らかで、しなやかで、かつ、サラサラとした触感の繊維とする為に、塩化ビニル系混合物100重量部に対して、エチレン-酢酸ビニル系樹脂(以下、EVA系樹脂と略記す

る。)を1~35重量部添加配合して使用するのが好ましい。また該樹脂は、副次的には、該組成物のゲル化・溶融性を調節し、均一で適度な溶融状態を醸し出し、適度なノズル圧力を可能とする効果がある。

前記EVA系樹脂の使用量が1重量部未満となると、繊維柔軟性改良効果が希薄になるばかりでなく、ゲル化・溶融性調節機能が低下し、ノズル圧力が上昇したりする傾向がある。逆に35重量部を越えると、組成物のゲル化・溶融性調節機能が低下し、不均一なゲル化・溶融状態になるため、未延伸糸内に「ブツ」状物(未溶融粒子、または、剪断応力によって崩壊しなかった粒子)が多くなって溶融紡糸時あるいは延伸・熱処理時の糸切れ頻度が多くなる傾向があり好ましくない。

本発明でいうEVA系樹脂とは、従来公知の酢酸ビニル含有量が20~65重量%のエチレンー酢酸ビニル共重合樹脂、さらに極性基としてカルボニル基を導入してなるエチレンー酢酸ビニル系共重合樹脂からなるEVA付脂またはこれらのEVA樹脂に塩化ビニルをグラフト重合してなるEVA一塩化ビニルグラフトポリマー樹脂を意味する。EVA一塩化ビニルグラフトポリマー樹脂は、水性媒体中で塩化ビニルを懸濁重合または乳化重合する際、EVA樹脂を重合系に添加して重合を進めることによって容易に得られる。該樹脂は、溶媒による分別により、EVA樹脂成分、ポリ塩化ビニル樹脂成分、およびEVA樹脂成分に塩化ビニルが化学的に結合してなるEVA一塩化ビニルグラフトポリマー成分の混合物である。

本発明に使用するEVA樹脂の酢酸ビニル含有量は、20~65重量%のものを使用するのが好ましい。酢酸ビニル含有量が20重量%未満あるいは65重量%を越えると組成物系との相溶性が低下し、組成物のゲル化・溶融性調節機能が低下し、不均一なゲル化・溶融状態になり、未延伸糸内に「ブツ」状物が多くなって、溶融紡糸時あるいは延伸・熱処理時の糸切れ頻度が多くなる傾向があり好ましくない。また、酢酸ビニル含有量が20重量%未満であると、繊維柔軟性改良効果が不十分となり、逆に、酢酸ビニル含有量が65重量%を越えると、均一混合しなかった組成物中のEVA樹脂成分が溶融紡糸時に溶解し、加熱筒あるいはノズル先端部からメルトダウンして、未延伸糸を得ることが困難となるなどの

問題がある。

また、該樹脂の分子量の目安となるメルトインデックス(M-:gr/10分)は、1~260程度の範囲が望ましい。該メルトインデックスが1未満であるとEVA樹脂成分の溶融粘度が高くなり、溶融紡糸時のノズル圧力が高くなる傾向がある。また逆にメルトインデックスが260を越えると、該樹脂の粘度が低下し、塩化ビニル系混合物成分の溶融が不十分となり、均一溶融が不十分となって未延伸糸内に「ブツ」状として残存し易くなるため、紡糸時の糸切れ頻度が多くなりやすく好ましくない。

本発明に使用できるEVA-塩化ビニルグラフトポリマー樹脂は、EVA成分 含有量が3~45重量%の範囲のものが特に好ましい。該含有量が3重量%未満 であると、繊維柔軟性改良効果が不十分となり、逆に45重量%を越えると、組 成物のゲル化・溶融性調節機能が低下し、不均一なゲル化・溶融状態になるため、未延伸糸内に「ブツ」状物が多くなって、溶融紡糸時あるいは延伸・熱処理時 の糸切れ頻度が多くなる傾向がある。

本発明に使用する熱安定剤は従来公知のものが使用できるが、中でも錫系熱安定剤、Ca-Zn系熱安定剤、ハイドロタルサイト系熱安定剤、およびゼオライト系熱安定剤からなる群の内から選択される少なくとも1種の熱安定剤を0.2~5.0重量部使用するのが好ましい。該熱安定剤は、成形時の熱分解、ロングラン性、繊維の色調を改良する為に使用するもので、特に好ましくは、紡糸時のノズル周囲に発生するスケール(以下、ノズル目脂と略記する。)発生量の比較的少ない錫系熱安定剤が良く、中でもメルカプト錫系熱安定剤、マレエート錫系会定剤、およびラウレート錫系熱安定剤からなる群の内から選択される少なくとの1種を使用するのが良い。例えば、ジメチルスズメルカプト、ジブチルスズメルカプト、ジブチルスズメルカプト、ジブチルスズメルカプト、ジオクチルスズメレカート、ジブチルスズマレエート、ジブチルスズマレエート、ジオクチルスズマレエート、ジオクチルスズマレートポリマーなどのマレエート錫系熱安定剤、ジメチルラウレート、スズジブチルスズラウレート、ジオクチルスズラウレートなどのラウレート錫系熱安定剤が例示される。

繊維の初期着色を抑制し、顔料を含まないナチュラル組成物の白色度を高める

為には、メルカプト錫系熱安定剤を塩化ビニル系混合物100重量部に対して、少なくとも0.1~1.4重量部使用し、他の熱安定剤と併用して合計が、塩化ビニル系混合物100重量部に対して、0.2~5.0重量部の範囲とするのが特に好ましい。該熱安定剤の使用量は、0.2~5.0重量部であるが、0.2重量部未満となると、成形時の熱分解防止効果が低下する傾向がある。逆に、5.0重量部を越えると、紡糸時のノズル目脂発生が多くなり、紡糸時の流出変動発生が大となりやすく、好ましくない。

本発明に使用する滑剤は、カドミウムや鉛を含有しない従来公知のものを用いることができるが、特に金属石鹸系滑剤、ポリエチレン系滑剤、高級脂肪酸系滑剤、ペンタエリスリトール系滑剤、高級アルコール系滑剤、モンタン酸ワックス系滑剤から選択される1種または2種以上を塩化ビニル系混合物100重量部に対して、0.2~5.0重量部使用するのが好ましい。該滑剤は、組成物の溶融状態、ならびに組成物と金属面との接着状態を制御する為に使用するもので、繊維の表面状態、触感、糸切れ頻度、ノズル目脂発生頻度、ノズル圧力などに大きく影響する。

比較的サラサラとした触感を得る為には、金属石鹸系滑剤を使用するのが好ましい。また特に、衛生上の観点から、カドミウム、鉛以外の金属石鹸が良い。例えば、Na, Mg, Al, Ca, Baなどのステアレート、ラウレート、パルミテート、オレエートなどの金属石鹸が例示される。また、ノズル目脂発生頻度を低減し、ノズル圧力を低く抑える為には、ポリエチレン系滑剤を使用するのが好ましく、従来公知のポリエチレン系滑剤を使用できるが、特に好ましくは、平均分子量が1500~4000であり、密度が0.91~0.97の非酸化タイプまたはごくわずかに極性を附加したタイプのポリエチレン系滑剤が特に好ましい。該ポリエチレン系滑剤は0.2~1.3 重量部の範囲で使用するのが特に好ましい

本発明に於いては、高級脂肪酸系滑剤、ペンタエリスリトール系滑剤、高級アルコール系滑剤、モンタン酸ワックス系滑剤は、主として組成物の溶融状態を制御する為に使用するのが好ましい。高級脂肪酸系滑剤としては、例えば、ステアリン酸、パルミチン酸、ミリスチン酸、ラウリン酸、カプリン酸などの飽和脂肪

酸、オレイン酸などの不飽和脂肪酸、またはこれらの混合物などが例示される。ペンタエリスリトール系滑剤としては、ペンタエリスリトールまたはジペンタエリスリトールと高級脂肪酸とのモノエステル、ジエステル、トリエステル、テトラエステル、またはこれらの混合物などが例示される。高級アルコール系滑剤としては、ステアリルアルコール、パルミチルアルコール、ミリスチルアルコール、ラウリルアルコール、オレイルアルコールなどが例示される。さらに、モンタン酸ワックス系滑剤としては、モンタン酸とステアリルアルコール、パルミチルアルコール、ミリスチルアルコール、ラウリルアルコール、オレイルアルコールなどの高級アルコールとのエステル類が例示される。

該滑剤系の特に好ましい使用量の領域は、塩化ビニル系混合物 1 0 0 重量部に対して、カドミウムや鉛を含有しない金属石鹸系滑剤であれば 0.5 ~ 3.0 重量部、ポリエチレン系滑剤であれば 0.2 ~ 1.8 重量部、ペンタエリスリトール系滑剤であれば 0.2 ~ 1.0 重量部併用するのが特に好ましい。

本発明に於ける塩化ビニル系樹脂組成物は、塩化ビニル系樹脂100~60重量%と塩素化塩化ビニル系樹脂0~40重量%からなる塩化ビニル系混合物100重量部に対して、(a)EVA系樹脂を1~35重量部と、(b)熱安定剤0.2~5.0重量部と、(c)滑剤0.2~5.0重量部とを配合してなるものの他、塩化ビニル系樹脂90~75重量%と塩素化塩化ビニル系樹脂10~25重量%からなる塩化ビニル系混合物100重量部に対して、(a)EVA系樹脂を1~35重量部と、(b)メルカプト錫系熱安定剤、マレエート錫系熱安定剤、およびラウレート錫系熱安定剤からなる群の内から選択される少なくとも1種の熱安定剤を0.2~5.0重量部と、(c)カドミウムや鉛を含有しない金属石鹸系滑剤、ポリエチレン系滑剤、およびペンタエリスリトール系滑剤からなる群の内から選択される少なくとも1種の滑剤を0.2~5.0重量部とを配合してなる塩化ビニル系樹脂組成物を用いることができる。

前記樹脂組成物は、糸切れの発生が少なく、安定した製造ができ、品質とのバランスがとれる点で好ましい。

また、塩化ビニル系樹脂100重量部に対して、(a) EVA系樹脂を1~3 5重量部と、(b)メルカプト錫系熱安定剤、マレエート錫系熱安定剤、および ラウレート錫系熱安定剤からなる群の内から選択される少なくとも1種の熱安定剤を0.2~5.0重量部と、(c)カドミウムや鉛を含有しない金属石鹸系滑剤、ポリエチレン系滑剤、およびペンタエリスリトール系滑剤からなる群の内から選択される少なくとも1種の滑剤を0.2~5.0重量部とを配合してなる塩化ビニル系樹脂組成物も用いることができる。

前記樹脂組成物は、繊維の熱収縮率がやや高くなる傾向にあるが、製造は、より安定する利点があり、収縮率が高いものを好む用途には好ましい。

本発明に於いては、目的に応じて、塩化ビニル系組成物に使用される公知の配合剤、例えば、加工助剤、強化剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、可塑剤、帯電防止剤、充填剤、難燃剤、顔料などを使用することができる。また、場合によっては、発泡剤、架橋剤、粘着性付与剤、親水性付与剤、導電性付与剤、香料など特殊な配合剤を適宜使用することも可能である。

前記加工助剤としては、例えば、メチルメタクリレートを主成分とするアクリル系加工助剤、または熱可塑性ポリエステルを主成分とするポリエステル系加工助剤などが挙げられる。該加工助剤の使用量としては、塩化ビニル系混合物100重量部に対して、0.2~12重量部程度が好ましい。また、これらの加工助剤は単独でも使用できるし、2種以上を併用しても良い。

本発明に使用する充填剤としては、例えば炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、酸化マグネシウム、酸化アルミニウム、水酸化マグネシウム、水酸化アルミニウム、タルク、マイカ、クレーなどが挙げられる。該充填剤の使用量としては、塩化ビニル系混合物100重量部に対して、0.2~5.0重量部程度が好ましい。また、これらの充填剤は単独でも使用できるし、2種以上を併用しても良い。

本発明に使用する可塑剤としては、例えば、ジブチルフタレート、ジ-2-エチルヘキシルフタレート、ジイソノニルフタレートなどのフタル酸系可塑剤、オクチルトリメリテートなどのトリメリット酸系可塑剤、オクチルピロメリテートなどのピロメリット酸系可塑剤、ポリエステル系可塑剤、エポキシ系可塑剤などを使用できる。該可塑剤の使用量としては、塩化ビニル系混合物100重量部に対して、0.2~5.0重量部程度が好ましい。また、これらの可塑剤は単独でも使用できるし、2種以上を併用しても良い。

本発明に使用する塩化ビニル系樹脂組成物は、従来公知の混合機、例えばヘン シェルミキサー、スーパーミキサー、リボンブレンダーなどを使用して混合して なるパウダーコンパウンド、またはこれを溶融混合してなるペレットコンパウン ドとして使用することができる。該パウダーコンパウンドの製造は、従来公知の 通常の条件で製造でき、ホットブレンドでもコールドブレンドでも良い。特に好 ましくは、組成物中の揮発分を減少する為に、ブレンド時のカット温度を105 ~155℃迄上げてなるホットブレンドを使用するのが良い。該ペレットコンパ ウンドは、通常の塩化ビニル系ペレットコンパウンドの製造と同様にして製造で きる。例えば、単軸押出機、異方向2軸押出機、コニカル2軸押出機、同方向2 軸押出機、コニーダー、プラネタリーギアー押出機、ロール混練り機などの混練 り機を使用してペレットコンパウンドとすることができる。該ペレットコンパウ ンドを製造する際の条件は、特に限定はされないが、樹脂温度を185℃以下に なる様に設定することが好ましい。また、該ペレットコンパウンド中に混入し得 る掃除用具の金属片などの異物を取り除く為に、目開きの細かいステンレスメッ シュなどを混練り機内に設置したり、コールドカットの際に混入し得る「切り粉」 などを除去する手段を採用したり、ホツトカットを行なうなどの方法は自在に可 能であるが、特に好ましくは、「切り粉」混入の少ないホットカット法を使用する のが良い。

前記塩化ビニル系樹脂組成物を繊維状の未延伸糸にする際には、従来公知の押出機を使用できる。例えば単軸押出機、異方向2軸押出機、コニカル2軸押出機などを使用できるが、特に好ましくは、口径が35~85mmφ程度の単軸押出機または口径が35~50mmφ程度のコニカル押出機を使用するのが良い。口径が過大になると、押出量が多くなり、ノズル圧力が過大になったり、未延伸糸の流出速度が早過ぎて、巻取りが困難になる傾向があり好ましくない。

本発明に於いては、1ケのノズル孔の断面積が、0.5 mm²以下のノズルをダイ先端部に取り付けて溶融紡糸を行なうのが好ましい。該断面積が、0.5 mm²を越えるノズルを使用すると、未延伸糸の繊度が太くなり、細繊度の繊維を得る為には、延伸処理の際に延伸倍率を大きくをする必要がある。その為、延伸処理を施した後の細繊度の繊維(延伸糸)に光沢が出て、半艶~七部艶状態を維持

することが困難となる。また、繊維の触感がザラザラとしたり、キラキラ感が出たり、あるいはプラスチック的な滑り触感になる傾向があり好まくない。

該ノズルに存在するノズル孔の配列、位置関係は、巻取りの容易さに大きく関係する。特に好ましい配列数は1~5列であり、これ以上になるとダイ内の溶融物の流動速度差が大きくなり、流出速度分布が拡がり、未延伸糸の「泳ぎ」が大きくなる傾向があり好ましくない。また、該ノズル孔の配列形状は、円状、楕円状、または4角以上の多角形状であることが望ましい。三角形状であると、ダイ内の溶融物の流動速度差が大きくなり、流出速度分布が拡がり、未延伸糸の「泳ぎ」が大きくなる傾向となり好ましくない。さらに、1ケのノズルに存在するノズル孔の数は50~300であることが好ましい。ノズル孔の数が少な過ぎると生産性が低下し、逆に多過ぎると、「糸切れ」などのトラブル発生確率が高くなり好ましくない。

本発明に於いては、隣接するノズル孔の中心間(異形断面にあっては、該断面の重心間)の距離が、少なくとも 0.8 mm以上となる様に配置するのが好ましい。該距離が 0.8 mm未満であると溶融紡糸する際、未延伸糸同志の接触頻度が多くなり、糸切れの原因になり好ましくない。また、該距離が長過ぎるとノズルそのものが大きなものとなって重くなったり、ノズルに配置する孔数が少なくなり加工生産性が低下したりして好ましくない。特に好ましい範囲は 0.8 ~ 3.8 mmの範囲である。

本発明に於いては、未延伸糸の繊度を300デニール以下しておくことが好ましい。該未延伸糸の繊度が300デニールを越えると、細繊度の繊維を得る為には、延伸処理の際に延伸倍率を大きくをする必要があるので、延伸処理を施した後の細繊度の繊維(延伸糸)に光沢が出て、半艶~七部艶状態を維持することが困難となる。また、プラスチック的な滑り触感になる傾向がある。また、溶融紡糸の際、ノズル圧力は500Kg/cm²以下で紡糸するのが好ましい。ノズル圧力が500Kg/cm²を越えると、押出機のスラスト部にかかる負荷が過大になり、押出機に不具合を発生し易くなり好ましくない。ノズル圧力は、スクリュー回転数あるいはフィード量を変更して、押出量を制御することでコントロールするのが品質に影響が少なく好ましい。しかしながら、押出量を減少すると生産

性が低下する為、このバランスから、480~300 Kg/cm²の範囲が特に好ましい。ノズル圧力を低下するには、金属面との滑り効果の高い滑剤を使用したり、多量の溶融粘度低下剤、例えば、可塑剤、高分子可塑剤などを使用することの可能であるが、この様な手段によって、ノズル圧力を200 Kg/cm²以下にすると組成物のゲル化・溶融状態が極めて不均一になり、糸切れ頻度が多くなり、製造が困難になると共に、艶状態、触感などの品質が不十分な繊維となる傾向がある。故に、前記した様な押し出し量の制御による圧力コントロールが好ましい。

溶融紡糸の際、ノズル孔から溶融・流出したストランドは300デニール以下の未延伸糸に引き伸ばされるが、その際のドラフト比は25以下であることが特に好ましい。該ドラフト比が25を越えると、未延伸糸の時点で表面が過剰に引き伸ばされている為、延伸処理を施した後の細繊度の繊維に光沢が出て、半艶~七部艶状態を維持することが困難となる傾向がある。また、プラスチック的な滑り触感になる傾向がある。また、樹脂温度は195℃以下で紡糸することが好ましい。195℃を越えた温度で紡糸すると繊維の着色傾向が顕著となり、黄色味の強い繊維となりやすく好ましくない。その為、シリンダー温度を150~185℃程度とし、ダイ温度を160~190℃程度とすることが特に好ましい。

以上の様に、本発明に於いては、溶融紡糸の際、1ケのノズル孔の断面積が $0.5\,\mathrm{mm}^2$ 以下のノズルを使用して、かつ、 $3.0\,\mathrm{0}$ デニール以下の未延伸糸を製造するのが好ましい。特に、樹脂温度は $1.9\,\mathrm{5}\,\mathrm{C}$ 以下、ドラフト比を $2.5\,\mathrm{U}$ 下、ノズル圧力を $5.0\,\mathrm{0}\,\mathrm{K}\,\mathrm{g}/\mathrm{c}\,\mathrm{m}^2$ 以下、ノズル孔数は $5.0\,\mathrm{c}\,\mathrm{3}\,\mathrm{0}\,\mathrm{0}\,\mathrm{c}\,\mathrm{U}$ 、ノズル配列数は $1.0\,\mathrm{m}$ 配列形状は、円状、楕円状、または $1.0\,\mathrm{m}$ 4角以上の $1.0\,\mathrm{m}$ 4角以上の $1.0\,\mathrm{m}$ 5として行なうのが特に優れた方法である。

前記溶融紡糸で得られた未延伸糸に公知の方法で延伸処理・熱処理を施して、 100デニール以下の細繊度の繊維(延伸糸)とすることができる。頭髪装飾用 の繊維としては、25~100デニールの範囲が特に好ましく、また、人形用頭 髪の繊維としては、10~65デニールの範囲が特に好ましい。

延伸処理条件としては、延伸処理温度70~150℃の雰囲気下で、延伸倍率は、200~450%程度延伸することが特に好ましい。延伸処理温度が70℃

未満であると繊維の強度が低くなると共に、糸切れを発生し易く、逆に150℃を越えると繊維の触感がプラスチック的な滑り触感になり好ましくない。また、延伸倍率が200%未満であると繊維の強度発現が不十分となり、450%を越えると延伸処理時に、糸切れを発生し易く好ましくない。

さらに、延伸処理を施した繊維に熱処理を施して、2~75%の緩和率で繊維を緩和処理することにより、熱収縮率を低下させることができる。また、繊維表面の凹凸を整えて、人毛に類似した触感、半艶~七部艶表面とする為にも該緩和処理が好ましい。該緩和率の範囲を外れると人工毛髪用繊維として、あるいは人形用頭髪繊維として、品質が低下する傾向があり好ましくない。該熱処理は、延伸処理と連動して実施することもできるし、切り離して実施することもできるが、条件としては、雰囲気温度80~150℃で実施することが特に好ましい。また本発明に於いては、従来公知の溶融紡糸に関わる技術、例えば、各種ノズル断面形状に関わる技術、加熱筒に関わる技術、延伸処理に関わる技術、熱処理に関わる技術などは、自在に組み合わせて使用することが可能である。

発明を実施するための最良の形態

次に、実施例をあげて、本発明の詳細な態様を明らかにするが、本発明はこれらの実施例のみに限定されるものではない。

尚、表中の組成物表示等は、次のように略記する。

塩化ビニル樹脂:「PVC」、塩素化塩化ビニル系樹脂:「CPVC」、酢酸ビニル:「VAc」、粘度平均重合度:「M」、メルトインデックス:「MI」。また表2、4~6、8~9における、組成物での配合剤の数値は、PVCとCPVCの合計=100重量部に対する各配合剤の重量部を表すものである。

[実験1~5(PVC/CPVCの配合比率)]

塩化ビニル系混合物 1 0 0 重量部が 4 K g になる様に計量し、次いで、表 2 に示す配合剤をそれぞれ計量して、 2 0 L のヘンシェルミキサーに投入し、撹拌しながら、内容物の温度が 1 1 5 ℃になる迄、撹拌・混合した。その後、冷却水をヘンシェルミキサーのジャケットに流しながら撹拌・混合を続け、内容物の温度

が 7 5 ℃になる迄、冷却して、塩化ビニル系パウダーコンパウンドを得た。該パウダーコンパウンドを表 1 (紡糸条件 1)に示す条件にて、溶融紡糸·延伸·熱処理実験に供した。

表 1 紡糸条件 1

押出機	4 0 m/m φ 単軸押出機、L/D=24
スクリュー	フルフライトタイプ、圧縮比= 2.5
ノズル	孔断面積=0.063mm²
	孔数=120、円配列
シリンダー温度	C 1 = 1 5 5 °C, $C 2 = 1 6 0 $ °C,
	C 3 = 1 6 5 %, C 4 = 1 7 0 %
アダプター温度	A D = 1 7 5 ℃
ターンヘッド温度	T H = 1 8 0 ℃
ノズル温度	N H = 1.80 ℃
加熱紡糸筒温度	H T = 3 2 0 ℃:雰囲気温度
延伸処理	雰囲気温度:110℃
熱緩和処理	雰囲気温度:110℃

溶融紡糸実験は、定常状態になってから、スクリュー回転数と押出量の関係を求め、押出量が7.0 Kg/Hrsになる様にスクリュー回転数を決定した。ノズル圧力、樹脂温度は、ダイ圧計、樹脂温度センサーをそれぞれノズル部に設置して測定した。

鉛直方向に、ノズルから溶融・流出したストランドを加熱紡糸筒に導入し、ここで該ストランドを瞬間的に加熱溶解し、ノズル直下約3mの位置に設置した引取機にて、未延伸糸を一定速度で巻き取った。この際、該未延伸糸の繊度が約165~185デニールになる様に引取速度を調節した。この未延伸糸を製造する段階で、糸切れの発生状況を目視観察し、次の様に評価した。

[溶融紡糸時の糸切れ発生状況]

◎:全く糸切れが発生しない。

〇:1時間に3回以内発生する。

△:1時間に4~15回発生する。

また、この未延伸糸の着色状態を目視観察にて、次の様に評価した。

[未延伸糸の着色状態]

- ◎:乳白色で黄色味がない。
- ○:乳白色であるが、わずかに黄色味がある。

△:かなり強い黄色味がある。

該未延伸糸を延伸・熱処理機に導入し、延伸処理、次いで、熱緩和処理を行い、延伸糸を製造した。この際、熱緩和処理は、25%緩和に固定し、延伸処理は、最終の延伸糸の繊度が、65~68デニールになる様に延伸倍率を若干調整した。この延伸・熱処理時に発生する糸切れの発生状況を目視観察し、次の様に評価した。

[延伸・熱処理時の糸切れ発生状況]

- ○:全く糸切れが発生しない。
- ○:1時間に3回以内発生する。
- △:1時間に4~15回発生する。
- また、この延伸糸の表面艶・光沢を目視観察し、次の様に評価した。

[延伸糸の艶状態]

- ◎(半艶状態):表面が平滑で、わずかに鈍い光沢がある。
- ○(七部艶状態):表面が平滑で、鈍い光沢がある。
- ●(完全艶消状態):表面がザラザラで、光沢がない。
- △(八分艶状態):表面がザラザラで、局部的に光沢があり、キラキラ感がある。
- ×(艶有状態):表面が平滑で、全面的に光沢があり、輝き感がある。
- さらに、この延伸糸を手で触り、その手触り触感を、次の様に評価した。

[延伸糸の触感]

- ○:表面が平滑で、サラサラとした触感がある。
- 〇:表面が平滑で、かすかに湿った触感があるが、サラサラ感がある。
- △(ザラザラ感):表面がザラザラで、ザラザラとした触感がある。
- ●(プラスチック感):表面が平滑で、プラスチック的触感があり、滑り触感がある。 またさらに、この延伸糸を指に数回巻き付け、その際の反発力、触感、柔軟性を 、次の様に評価した。

[延伸糸のしなやかさ]

◎:指にやわらかく、しなやかに巻き取ることができる。

〇:かすかに反発触感があるが、しなやかに巻き取ることができる。

△:全体的に硬い感触で、かなり強い反発触感がある。

該延伸糸を引張試験、熱収縮試験に供し、強度および熱収縮率を求めた。尚、延伸糸の熱収縮率の測定は、100℃の雰囲気温度で、25分熱収縮させ、計算は、次の様に行なった。

(熱処理前の延伸糸長-熱処理後の延伸糸長)/熱処理前の延伸糸長さ×100 =熱収縮率(%)

これらの評価結果を表2に示す。

表2 PVC/CPVC配合比率の効果

級と 「 V O / V O 配 日 比 平 O / M 来						
実験	番号	実験 1	実験 2	実験3	実験 4	実験 5
例·上	比較例の区別	実施例	実施例	実施例	実施例	比較例
C (* 1)	100	90	75	60	50
V C	(*2)	0	10	25	40	50
A系	樹脂(* 3)	3	3	3	3	3
助剤	(*4)	1. 3	1. 3	1. 3	1. 3	1. 3
熱安	定剤(* 5)	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
熱安	定剤(* 6)	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
シウ	ムステアレート	0. 6	0. 6	0. 6	0. 6	0. 6
		0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
		0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
ウリ	ルアルコール	∕ 0.8.	∕ 0. 8	∕ 0. 8	∕ 0.8	∕ 0.8
ノズ	ル圧力(Kg/cm²)	439	448	464	492	557
樹脂	温度(℃)	187	188	188	188	189
糸切	れ発生状況	0	0	0	0	Δ
未	押出量(Kg/Hrs)	7. 0	7. 0	7. 0	7. 0	7. 0
延	繊度 d (デニール)	167	179	168	174	181
伸糸	着色状態	0	0	0	0	Δ
処理	・熱処理時					^
切れ	発生状況					
繊度	(デニール)	66	67	65	66	68
艶状	態(表面光沢)	0	0	0	0	•
触感	(手触り触感)	0	0	0	0	Δ
しな	やかさ(指巻き)	0	0	0	0	Δ
強度	(g/d)	1. 57	1. 55	1.63	1. 62	1. 33
熱収	縮率(%,at100℃)	8.8	5. 3	2. 4	2. 6	2. 7
	実例CVA助熱熱シエアウノ樹糸未延伸処切繊艶触し強験」(C系剤安安ウチリリズ脂切 糸理れ度状感な度	実験番号	実験番号	実験番号 実験 1 実験 2 実施例 比較例の区別 実施例 実施例 実施例 で (* 1) 100 90 10 A 系樹脂 (* 3) 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3	実験番号 実験 1 実験 2 実験 3 [例・比較例の区別 実施例 実施例 実施例 で (*1) 100 90 75 V C (*2) 0 10 25 A系樹脂(*3) 3 3 3 [助剤(*4) 1.3 1.3 1.3 熱安定剤(*5) 0.5 0.5 0.5 シウムステアレート 0.6 0.6 0.6 エチレンワックス 0.5 0.5 0.5 シウムステアレート 0.6 0.6 0.6 エチレンワックス 0.5 0.5 0.5 フリン酸 0.5 0.6 0.6 エチレンワックス 0.5 0.5 0.5 フリン酸 0.5 0.6 0.6 エチレンワックス 0.5 0.5 0.5 フリン酸 0.5 0.5 0.5 フリン酸 0.5 0.5 0.5 フリン酸 0.5 0.5 0.5 フリン酸 0.5 0.6 0.6 エチレンワックス 0.5 0.5 0.5 フリン酸 0.5 0.5 0.5 フリン酸 0.5 0.5 0.5 フリンドラリルアルコール 0.6 0.6 0.6 フリルアルコール 0.7 0.8 0.8 フリルアルコール 0.8	実験番号 実験 1 実験 2 実験 3 実験 4 例・比較例の区別 実施例 実施例 実施例 実施例 実施例 で (*1) 100 90 75 60 V C (*2) 0 10 25 40 A 系樹脂 (*3) 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3 3

- (*1):PVC[S1001](M=1000) 鐘淵化学工業㈱製
- (*2):CPVC (塩素含有量=64重量%、M≒800)鐘淵化学工業㈱製
- (*3): EVA系樹脂(VAc含有量=25重量%、MI=3)
- (*4):アクリル系加工助剤(カネエース PA20) 鐘淵化学工業㈱製
- (*5):オクチル錫メルカプト熱安定剤. 三共有機合成㈱製
- (*6):ブチル錫マレエート熱安定剤、三共有機合成㈱製

実験1~5の比較から判る様に、塩素化塩化ビニル樹脂の配合比率が、40重量%を越えるとノズル圧力が500Kg/cm²以上になり、押出機の設計圧力を超える状態になり、安全な生産が困難となる。また、スクリュー回転数を低下すると、押出量が低下し、生産性が低下する傾向にある。また、塩素化塩化ビニル樹脂の配合比率が、40重量%を越えると、溶融紡糸時の糸切れが頻繁に発生したり、未延伸糸の着色状態がやや黄色味を呈してくる傾向があり、さらに、延伸糸の艶も消え過ぎになり、触感もザラザラとした触感になり、かつ、繊維のしなやかさが劣る傾向となる。これらの実験から、塩化ビニル系樹脂と塩素化塩化ビニル系樹脂の配合比率は、前者が100~60重量%で、後者が0~40重量%の範囲が最適であることが判る。

[実験6~11(EVA系樹脂の添加効果)]

実験1~5と同様、塩化ビニル系混合物100重量部が4Kgになる様に計量し、次いで、EVA系樹脂の添加量を変更して、表4に示す配合剤をそれぞれ計量して、20Lのヘンシェルミキサーに投入し、撹拌しながら、内容物の温度が135℃になる迄、撹拌・混合した。その後、冷却水をヘンシェルミキサーのジャケットに流しながら撹拌・混合を続け、内容物の温度が70℃になる迄、冷却して、塩化ビニル系パウダーコンパウンドを得た。該パウダーコンパウンドを表3(紡糸条件2)に示した紡糸条件,延伸条件,熱緩和処理条件にて、溶融紡糸・延伸・熱処理実験に供した。

表 3 紡糸条件 2

押出機	45mmコニカル二軸押出機
スクリュー	深練りタイプ、
ノズル	孔断面積= 0. 0 8 5 m m ²
	孔数=120、円配列
シリンダー温度	$C 1 = 1 6 0 ^{\circ}\text{C}, C 2 = 1 6 0 ^{\circ}\text{C}$
	$C 3 = 1 6 0 ^{\circ}\text{C}, C 4 = 1 6 5 ^{\circ}\text{C}$
アダプター温度	A D = 1 6 5 °C,
ターンヘッド温度	TH=170℃,
ノズル温度	$NH = 170 ^{\circ}C,$
加熱紡糸筒温度	H T = 2 9 0 ℃:雰囲気温度
延伸処理	雰囲気温度:115℃
熱緩和処理	雰囲気温度:115℃

溶融紡糸実験は、定常状態になってから、フィード量、スクリュー回転数と押出量の関係を求め、押出量が7.0 Kg/Hrsになる様に、フィード量、スクリュー回転数を決定した。ノズル圧力、樹脂温度は、ダイ圧計、樹脂温度センサーをノズル部に設置して測定した。

鉛直方向に、ノズルから溶融・流出したストランドを加熱紡糸筒に導入し、ここで該ストランドを瞬間的に加熱溶解し、ノズル直下、約3 mの位置に設置した引取機にて、未延伸糸を一定速度で巻き取った。この際、該未延伸糸の繊度が約154~176 デニールになる様に引取速度を調節した。また、その他の紡糸条件などは、実験1~5 に示した方法と同様に行い、評価方法なども実験1~5 に示した方法と全く同様に行なった。これらの評価結果を表4に示す。

表4 EVA系樹脂の効果

	実験	番号	実験 6	実験7	実験8	実験9	実験 10	実験 11
実施	例·上	比較例の区別	比較例	実施例	実施例	実施例	実施例	比較例
PV	C (* 1)	85	85	85	85	85	85
CP	V C	(* 2)	15	15	15	15	15	15
ΕV	A系	樹脂(*3)	0. 5	1	3	15	30	38
加工	助剤	(*4)	1. 3	1. 3	1. 3	1. 3	1. 3	1. 3
錫系	熱安	定剤(*5)	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
錫系	熱安	定剤(* 6)	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
カル	シウ	ムステアレート	0. 6	0. 6	0.6	0. 6	0. 6	0. 6
/バ	<u>リウ</u>	ムステアレート	/ 0.4	∕ 0. 4				
ポリ	エチ	レンワックス	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
۶, ۷,	ンタエリ	スリトールテトラステアレート	0. 4	0. 4	0. 4	0. 4	0. 4	0. 4
炭酸	カル	シウム	2. 0	2. 0	2. 0	2. 0	2. 0	2. 0
溶	ノズ	ル圧力(Kg/cm²)	444	437	434	436	430	527
融	樹脂	温度(℃)	187	187	187	187	187	186
紡	糸切	れ発生状況	• 🔘	0	0	0	0	Δ
糸	未	押出量(Kg/Hrs)	7. 0	7. 0	7. 0	7. 0	7. 0	7. 0
時	延	繊度 d(デニール)	177	170	.167	169	166	154
	伸糸	着色状態	0	0	0	0	0	0
延伸	処理	・熱処理時	0	0	0	0	0	Δ
の糸	切れ	発生状況						4.3
延	繊度	(デニール)・	68	67	65	66	66	65
伸	艶状	態(表面光沢)	0	0	0	0	0	
糸	触感	(手触り触感)	Δ	0	0	0	O -	Δ
	しな	やかさ(指巻き)	Δ	0	0	0	0	Δ
		(g/d)	1. 52	1. 54	1. 59	1.63	1.62	1. 31
	熱収	縮率(%, at100℃)	3. 8	3. 0	2. 2	2. 1	2. 8	2. 7

(*1):PVC[S1001](M=1000) 鐘淵化学工業(株)製

(*2):CPVC(塩素含有量=64重量%、M≒800) 鐘淵化学工業㈱製

(*3): E V A 系樹脂 (VAc 含有量=25重量%、M I=5)

(*4):アクリル系加工助剤(カネエース PA20) 鐘淵化学工業㈱製

(*5):ブチル錫メルカプト熱安定剤、三共有機合成㈱製

(*6):ブチル錫マレエート熱安定剤. 三共有機合成㈱製

実験6~11の比較から判る様に、EVA系樹脂の添加量が1重量部未満になると、延伸糸のしなやかさが不足し、ゴワゴワとした触感の繊維となる。また、熱収縮率もやや高くなる傾向がある。また、EVA系樹脂の添加量が35重量部を越えると、組成の不均一化(CPVC成分の溶融が不均一となる)が起こり、溶融紡糸時あるいは延伸処理時の糸切れが頻繁になる。さらに、ノズル圧力も高くなる傾向があり、繊維の触感もザラザラとした触感になる。これらの実験から、EVA系樹脂の添加量は、塩化ビニル系混合物100重量部に対して、1~35重量部の範囲が最適であることが判る。

[実験12~16(熱安定剤の添加・併用効果)]

実験1~5と同様、塩化ビニル系混合物100重量部が4Kgになる様に計量し、次いで、熱安定剤の種類・添加量を変更して、表5に示す配合剤をそれぞれ計量して、20Lのヘンシェルミキサーに投入し、撹拌しながら、内容物の温度が135℃になる迄、撹拌・混合した。その後、冷却水をヘンシェルミキサーのジャケットに流しながら撹拌・混合を続け、内容物の温度が75℃になる迄、冷却して、塩化ビニル系パウダーコンパウンドを得た。尚、EVA系樹脂は、酢酸ビニル含有量25重量%、メルトインデックス5のEVA樹脂に塩化ビニルをグラフト重合し、EVA含量を40%に調節したEVA-塩化ビニルグラフト樹脂を使用した。該パウダーコンパウンドを実験6~11に示した紡糸条件、延伸条件、熱緩和処理条件と同様の条件にて、溶融紡糸・延伸・熱処理実験に供した。また、実験6~11に示した試験方法、評価方法にて、未延伸糸、延伸糸の評価を全く同様に行なった。これらの評価結果を表5に示す。

表 5 熱安定剤の添加、併用効果

実験番号	実験 12	実験 13	実験 14	実験 15	実験 16
実施例・比較例の区別	比較例	実施例	実施例		比較例
PVC (*1)	85	85	85	85	85
CPVC (*2)	15	15	15	: 15	15
EVA系樹脂 (*3)	20	20	20	20	20
加工助剤 (*4)	1. 5	1. 5	1. 5	1. 5	1. 5
錫系熱安定剤 (*5)	5. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
Ca-Zn 系複合熱安定剤		1. 5	_		_
ハイドロタルサイト	_	_	2. 5	– .	. —
ゼオライト	_	_	_	3. 5	5. 0
カルシウムステアレート	0. 6	0. 6	0.6	0. 6	0. 6
/マグネシウムステアレート	/1.4	/ 1.4	/1.4	/1.4	∕ 1. 4
シ゚ぺンタエリスリトールテトラステアレート	0. 4	0. 4	0. 4	0. 4	0. 4
クレー	2. 0	2. 0	2. 0	2. 0	2. 0
溶 ノズル圧力(Kg/cm²)	543	441	466	479	495
融 樹脂温度 (℃)	190	187	187	187	186
紡 糸切れ発生状況	Δ	0	0	0	Δ
糸 未 押出量(Kg/Hrs)	6. 8	6. 8	6. 8	6. 8	6. 8
時 延 繊度 d (デニール)	172	169	171	169	169
伸糸 着色状態	0	0	0		0
延伸処理・熱処理時 の糸切れ発生状況	Δ	0	0	0	Δ
延 繊度 (デニール)	66	67	65	66	64
伸 艶状態 (表面光沢)	0	0	0	0	0
糸(手触り触感)	Δ	0	0	0	Δ
しなやかさ(指巻き)	0	0	0	0	\triangle
強度 (g / d)	160	1. 59	1. 55	1. 52	1. 16
熱収縮率(%,at100℃)	12. 5	3. 2	3. 7	4. 7	5. 7

- (*1):PVC[S1001] (M=1000) 鐘淵化学工業(物製
- (*2):CPVC(塩素含有量=64重量%、M≒800) 鐘淵化学工業㈱製
- (*3):EVA系樹脂(EVA-塩化ビニルグラフトマー)
- (*4):アクリル系加工助剤(カネエース PA20) 鐘淵化学工業(株)製
- (*5):ブチル錫マレエート熱安定剤. 三共有機合成㈱製

実験12~16の比較から判る様に、熱安定剤の添加量が適量であれば、未延伸糸の初期着色も良好であるが、ブチル錫マレエートを過剰に使用すると、繊維の熱収縮率が極端に高くなり、品質の不十分な繊維となる。また、ゼオライトの様な無機粉末状の熱安定剤を過剰に使用すると、ゴワゴワとした触感の繊維となるばかりでなく、糸切れが著しくなり、繊維の強度も低下する。これらの実験から、熱安定剤の添加量は、塩化ビニル系混合物100重量部に対して、0.2~5.0重量部の範囲が最適であることが判る。

[実験17~21(ノズル断面積の効果)]

実験1~5と同様、塩化ビニル系混合物100重量部が4Kgになる様に計量し、次いで、表6に示す配合剤をそれぞれ計量して、20Lのヘンシェルミキサーに投入し、撹拌しながら、内容物の温度が125℃になる迄、撹拌・混合した。その後、冷却水をヘンシェルミキサーのジャケットに流しながら撹拌・混合を続け、内容物の温度が75℃になる迄、冷却して、塩化ビニル系パウダーコンパウンドを得た。尚、EVA系樹脂は、酢酸ビニル含有量65重量%、メルトインデックス15のEVA樹脂に塩化ビニルをグラフト重合し、EVA含量を25%に調節したEVA-塩化ビニルグラフト樹脂を使用した。該パウダーコンパウンドを実験1~5に示した紡糸条件、延伸条件、熱緩和処理条件と同様の条件にて、溶融紡糸・延伸・熱処理実験に供した。この際、表6に示したノズル孔断面積および孔数のノズルに変更して紡糸実験を行なった。また、押出量は、7.8 Kg/Hrsとし、これに合わせて、引取速度、延伸倍率を調節した。さらに、実験1~5に示した試験方法、評価方法にて、未延伸糸、延伸糸の評価を全く同様に行なった。評価結果を表6に示す。

表6 ノズル断面積の効果

実験番号	実験 17	実験 18	実験 19	実験 20	実験 21
実施例・比較例の区別	実施例	実施例	実施例	実施例	比較例
PVC (*1)	85	85	85	85	85
CPVC (* 2)	15	15	15	15	15
EVA系樹脂 (*3)	18	18	18	18	18
加工助剤 (*4)	1. 5	1. 5	1. 5	1. 5	1. 5
錫系熱安定剤 (*5)	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
錫系熱安定剤 (*6)	0. 4	0. 4	0. 4	0. 4	0. 4
カルシウムステアレート	0. 6	0. 6	0. 6	0. 6	0. 6
/マグネシウムステアレート	∕ 1. 4	/ 1.4	/ 1.4	/ 1.4	/ 1.4
シ゛へ゜ンタエリスリトールテトラステアレート	0. 4	0. 4	0. 4	0. 4	0. 4
ポリエチレンワックス	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
炭酸カルシウム	2. 0	2. 0	2. 0	2. 0	2. 0
	0. 05	0. 08	0. 15	0. 48	0. 55
//ズル孔の数	/140	/120	/ 130	/130	/ 130
溶 ノズル圧力(Kg/cm²)	487	445	403	386	358
融 樹脂温度 (℃)	186	187	186	186	186
紡 糸切れ発生状況	0	0	0	0	0
糸 未 押出量(Kg/Hrs)	7. 80	7. 80	7. 80	7. 80	7. 80
時 延 繊度 d (デニール)	168	167	169	166	168
伸糸 着色状態	0	0	0	0	0
延伸処理・熱処理時	0	0	0	0	
の糸切れ発生状況			0		
延 繊度(デニール)	68	67	66	68	67
伸 艶状態 (表面光沢)	0	0	0	0	×
糸 触感(手触り触感)	0	0	0	0	Δ
しなやかさ(指巻き)	0	0	0	0	0
強度 (g / d)	1. 50	1. 52	1. 57	1.62	1. 65
熱収縮率(%, at100℃)	1. 5	1. 2	1. 7	2. 5	4. 1

(*1):PVC[S1001] (M=1000) 鐘淵化学工業(株)製

(*2):CPVC(塩素含有量=64重量%、M≒800) 鐘淵化学工業㈱製

(*3): E V A 系樹脂 (E V A - 塩化ビニルグラフトマー)

(*4):アクリル系加工助剤(カネエース PA20) 鐘淵化学工業(機製

(*5):ブチル錫マレエート熱安定剤、三共有機合成㈱製

(*6):ブチル錫メルカプト熱安定剤、三共有機合成㈱製

実験17~21の比較から判る様に、1ケのノズル孔の断面積が0.5 mm² 以下であれば、紡糸する際の各種性能、延伸処理・加熱処理時の性能、繊維の性能が高度にバランスされた状態になる。一方、1ケのノズル孔の断面積が0.5 mm²を越えると、延伸糸の艶が出てきて、キラキラした目視感になり、触感もプラスチック的な滑り触感になり、品質的に不十分な繊維となる。また、1ケのノズル孔の断面積が大きくなると、溶融紡糸時のドラフト比が高くなり、延伸時の糸切れ頻度が増加するし、繊維の熱収縮率が高くなる傾向がある。

[実験22~26(未延伸糸の繊度の効果)]

実験1~5と同様、塩化ビニル系混合物100重量部が4Kgになる様に計量し、次いで、表8に示す配合剤をそれぞれ計量して、20Lのヘンシェルミキサーに投入し、撹拌しながら、内容物の温度が135℃になる迄、撹拌・混合した。その後、冷却水をヘンシェルミキサーのジャケットに流しながら撹拌・混合を続け、内容物の温度が75℃になる迄、冷却して、塩化ビニル系パウダーコンパウンドを得た。尚、EVA系樹脂は、酢酸ビニル含有量35重量%、メルトインデックス10のEVA樹脂に塩化ビニルをグラフト重合し、EVA含量を35%に調節したEVA-VCLグラフト樹脂を使用した。該パウダーコンパウンドを表7に示す(ペレット化条件)にて、ペレットコンパウンドとした後、溶融紡糸実験に供した。

表 7 ペレット化条件

押出機	4 0 mm φ 単軸押出機、 L / D = 2 2 フルフライトタイプ、圧縮比= 2.5
スクリュー	フルフライトタイプ、圧縮比= 2.5
シリンダー温度	C 1 = 1 5 0 °C, C 2 = 1 5 5 °C, C 3 = 1 6 0 °C, C 4 = 1 6 5 °C,
	C 3 = 1 6 0 %, C 4 = 1 6 5 %,
アダプター温度	A D = 1 6 5 ℃
ダイ温度	D 1 = 1 7 0 ℃
カット条件	ホットカット

該ペレットコンパウンドを実験 1 ~ 5 に示した紡糸条件,延伸条件,熱緩和処理 条件と同様の条件にて、溶融紡糸·延伸·熱処理実験に供した。この際、引取速度 を変更して、未延伸糸の繊度が表8になる様に設定した。また、実験1~5に示した試験方法、評価方法にて、未延伸糸、延伸糸の評価を全く同様に行なった。 評価結果を表8に示す。

表8 未延伸糸の繊度の効果

	実験番号	実験 22	実験 23	実験 24	実験 25	実験 26
実施	例・比較例の区別	実施例	実施例	実施例	実施例	比較例
PV	C (*1)	85	85	85	85	85
CP	VC (*2)	15	15	15	15	15
ΕV	A系樹脂 (*3)	14	14	14	14	14
加工	助剤 (*4)	2. 1	2. 1	2. 1	2. 1	2. 1
錫系	熱安定剤 (* 5)	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
1	熱安定剤 (* 6)	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
カル	シウムステアレート	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
<u> </u>	グネシウムステアレート	∕ 1.5				
۶٬ ۷°	ンタエリスリトールテトラステアレート	0. 4	0. 4	0. 4	0. 4	0. 4
ポリ	エチレンワックス	0. 8	0. 8	0. 8	0. 8	0. 8
クレ	_	1. 4	1. 4	1. 4	1. 4	1. 4
溶	ノズル圧力(Kg/cm²)	437	435	433	438	435
融	樹脂温度(℃)	187	187	186	186	187
紡	糸切れ発生状況	0	0	0	0	0
糸	未 押出量(Kg/Hrs)	7. 10	7. 10	7. 10	7. 10	7. 10
時	延 繊度 d (デニール)	168	236	269	296	316
	伸糸 着色状態	0	0	0	0	0
延伸	処理・熱処理時	0	0	0		^
の糸	切れ発生状況				0	
延	繊度(デニール)	65	67	64	66	66
伸	艶状態(表面光沢)	0	0	0	0	×
糸	触感(手触り触感)	0	0	0	. 0	\triangle
	しなやかさ(指巻き)	0	0	0	0	0
	強度(g/d)	1. 51	1. 52	1. 53	1. 55	1. 56
	熱収縮率(%, at100℃)	3. 2	2. 6	3. 7	3. 4	6. 7

(*1):PVC[M1600] (M≒1600) 鐘淵化学工業㈱製

塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂

(*2):CPVC(塩素含有量=66重量%、M≒800) 鐘淵化学工業㈱製

(*3): E V A 系樹脂 (E V A - 塩化ビニルグラフトマー)

(*4):アクリル系加工助剤(カネエース PA20) 鐘淵化学工業(株)製

- (*5):オクチル錫マレエート熱安定剤. 三共有機合成㈱製
- (*6):ブチル錫メルカプト熱安定剤、三共有機合成㈱製

実験22~26の比較から判る様に、未延伸糸の繊度が300デニールを越えると、65~70デニールの延伸糸を得る為には、延伸処理に於いて、過剰に延伸する必要がある。その為、延伸処理を施す際、糸切れ頻度が多くなるばかりでなく、延伸糸の触感が、プラスチック的な滑り触感になり、艶がでてきて品質的に不十分な繊維となる。一方、未延伸糸の繊度が300デニール以下であれば、これらの品質が高度にバランスされ、人毛に極めて類似した人工毛髪用繊維として優れたものを得ることができる。

[実験27~31(延伸糸の繊度の効果)]

塩化ビニル系混合物100重量部が4Kgになる様に計量し、次いで、表9に示す配合剤をそれぞれ計量して、20Lのヘンシェルミキサーに投入し、撹拌しながら、内容物の温度が115℃になる迄、撹拌・混合した。その後、冷却水をヘンシェルミキサーのジャケットに流しながら撹拌・混合を続け、内容物の温度が75℃になる迄、冷却して、塩化ビニル系パウダーコンパウンドを得た。尚、EVA系樹脂は、酢酸ビニル含有量35重量%、メルトインデックス10のEVA樹脂に塩化ビニルをグラフト重合し、EVA含量を35%に調節したEVA-VCLグラフト樹脂を使用した。該パウダーコンパウンドを実験1~5に示した紡糸条件、延伸条件、熱緩和処理条件と同様の条件にて、溶融紡糸・延伸・熱処理実験に供した。この際、延伸倍率を変更して、延伸糸の繊度が表9になる様に設定した。また、実験1~5に示した試験方法、評価方法にて、未延伸糸、延伸糸の評価を全く同様に行なった。評価結果を表9に示す。

表 9 延伸糸の繊度の効果

	実験	番号	実験 27	実験 28	実験 29	実験 30	実験 31
実別	笹例・	比較例の区別	実施例	実施例	実施例	実施例	比較例
PV	С	(* 1)	85	85	85	85	85
C P	V C	(* 2)	15	15	15	15	15
ΕV	A系	樹脂 (*3)	13	13	13	13	13
加工	助剤	(* 4)	1. 5	1. 5	1. 5	1. 5	1. 5
錫系	熱安	定剤 (*5)	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
錫系	熱安	定剤 (*6)	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
カル	シウ	ムステアレート	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
/マ	グネ	シウムステアレート	/1.5		∕ 1.5	∕ 1. 5	∕ 1.5
1		ルアルコール	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0.5
		ン酸ワックス		∕ 0. 5	∕ 0. 5	∕ 0. 5	∕ 0. 5
1		レンワックス	0. 6	0. 6	0. 6	0. 6	0. 6
タル	ク		0. 8	0.8	0. 8	0. 8	0.8
溶		ル圧力(Kg/cm²)	425	429	423	421	423
		温度 (℃)	187	187	186	188	186
紡	糸切	れ発生状況	0	0	0	0	0
糸		押出量(Kg/Hrs)	7. 0	7. 0	7. 0	7. 0	7. 0
時	延	繊度 d (デニール)	168	168	173	171	165
	伸糸	着色状態	0	0	0	0	0
		・熱処理時	0	0	0	0	0
		発生状況					
		(デニール)	55	64	76	96	106
1		態(表面光沢)	0	0	0	0	0
糸		(手触り触感)	0	0	0	0	Δ
		やかさ(指巻き)	0	0	0	0	Δ
		(g/d)	1. 67	1.65	1.64	1. 56	1. 49
	熱収	縮率(%, at100℃)	3. 3	3. 6	3. 1	3. 7	3. 2

(*1):PVC[S1001] (M=1000) 鐘淵化学工業㈱製

(*2):CPVC(塩素含有量=67重量%、M=600) 鐘淵化学工業㈱製

(*3): E V A 系樹脂 (E V A - 塩化ビニルグラフトマー)

(*4):アクリル系加工助剤(カネエース PA20) 鐘淵化学工業㈱製

(*5):ブチル錫マレエート熱安定剤. 三共有機合成㈱製

(*6):メチル錫メルカプト熱安定剤. 三共有機合成㈱製

実験27~31の比較から判る様に、延伸糸の繊度が100デニールを越えると、延伸糸の触感がゴワゴワとした、硬い触感となり、また、しなやかさが劣る為、人工毛髪用繊維として品質的に不十分な繊維となる。一方、延伸糸の繊度を100デニール以下とすれば、これらの品質が高度にバランスされて、人毛に極めて類似した人工毛髪用繊維として優れたものを得ることができる。

産業上の利用可能性

以上のように、本発明の塩化ビニル系樹脂組成物を用いれば、品質に優れ、人毛に極めて類似した七部~半艶表面でサラサラとした手触り触感を兼ね備えた塩化ビニル繊維を得られ、また、本発明の製造方法を用いれば、目的の塩化ビニル系繊維を、高い紡糸生産性を維持しながら、安全に製造することができる。本発明の塩化ビニル系繊維は、頭髪装飾用などの人工毛髪用繊維として、あるいはドールへアーなどの人形用頭髪繊維として有用である。

請求の範囲

- 1. 塩化ビニル系樹脂 1 0 0 ~ 6 0 重量%と塩素化塩化ビニル系樹脂 0 ~ 4 0 重量%からなる塩化ビニル系混合物 1 0 0 重量部に対して、(a) エチレン-酢酸ビニル系樹脂を 1 ~ 3 5 重量部と、(b) 熱安定剤 0. 2 ~ 5. 0 重量部と、(c) 滑剤 0. 2 ~ 5. 0 重量部とを配合してなる塩化ビニル系樹脂組成物からなる塩化ビニル系繊維。
- 2. 熱安定剤(b)が、錫系熱安定剤、Ca-Zn系熱安定剤、ハイドロタルサイト系熱安定剤、およびゼオライト系熱安定剤からなる群の内から選択される少なくとも1種である請求項1記載の塩化ビニル系繊維。
- 3. 滑剤(c)が、カドミウムや鉛を含有しない金属石鹸系滑剤、ポリエチレン系滑剤、高級脂肪酸系滑剤、ペンタエリスリトール系滑剤、高級アルコール系滑剤、およびモンタン酸ワックス系滑剤からなる群の内から選択される少なくとも1種である請求項1記載の塩化ビニル系繊維。
- 4.塩化ビニル系樹脂90~75重量%と塩素化塩化ビニル系樹脂10~25 重量%からなる塩化ビニル系混合物100重量部に対して、(a)エチレン-酢酸ビニル系樹脂を1~35重量部と、(b)メルカプト錫系熱安定剤、マレエート錫系熱安定剤、およびラウレート錫系熱安定剤からなる群の内から選択される少なくとも1種の熱安定剤を0.2~5.0重量部と、(c)カドミウムや鉛を含有しない金属石鹸系滑剤、ポリエチレン系滑剤、およびペンタエリスリトール系滑剤からなる群の内から選択される少なくとも1種の滑剤を0.2~5.0重量部とを配合してなる塩化ビニル系樹脂組成物を使用する請求項1記載の塩化ビニル系繊維。
- 5.塩化ビニル系樹脂100重量部に対して、(a)エチレン-酢酸ビニル系樹脂を1~35重量部と、(b)メルカプト錫系熱安定剤、マレエート錫系熱安定剤、およびラウレート錫系熱安定剤からなる群の内から選択される少なくとも1種の熱安定剤を0.2~5.0重量部と、(c)カドミウムや鉛を含有しない金属石鹸系滑剤、ポリエチレン系滑剤、およびペンタエリスリトール系滑剤からなる群の内から選択される少なくとも1種の滑剤を0.2~5.0重量部とを配合し

てなる塩化ビニル系樹脂組成物を使用する請求項1記載の塩化ビニル系繊維。

- 6. 塩化ビニル系樹脂が、塩化ビニル単独樹脂、エチレン-塩化ビニル共重合 樹脂、および酢酸ビニルー塩化ビニル共重合樹脂からなる群の内から選択される 少なくとも1種の樹脂であり、かつ塩素化塩化ビニル系樹脂が、重合度350~ 1100の原料塩化ビニル樹脂を用いて塩素含有量60~70重量%にしたもの を使用する請求項1記載の塩化ビニル系繊維。
- 7.塩化ビニル系樹脂100~60重量%と塩素化塩化ビニル系樹脂0~40 重量%からなる塩化ビニル系混合物100重量部に対して、(a)エチレン-酢酸ビニル系樹脂を1~35重量部と、(b)熱安定剤0.2~5.0重量部と、(c)滑剤0.2~5.0重量部とを配合してなる塩化ビニル系樹脂組成物を溶融紡糸する塩化ビニル系繊維の製造方法。
- 8. 熱安定剤(b)が、錫系熱安定剤、Ca-Zn系熱安定剤、ハイドロタルサイト系熱安定剤、およびゼオライト系熱安定剤からなる群の内から選択される少なくとも1種である請求項7記載の塩化ビニル系繊維の製造方法。
- 9. 滑剤(c)が、カドミウムや鉛を含有しない金属石鹸系滑剤、ポリエチレン系滑剤、高級脂肪酸系滑剤、ペンタエリスリトール系滑剤、高級アルコール系滑剤、およびモンタン酸ワックス系滑剤からなる群の内から選択される少なくとも1種である請求項7記載の塩化ビニル系繊維の製造方法。
- 10.塩化ビニル系樹脂90~75重量%と塩素化塩化ビニル系樹脂10~25重量%からなる塩化ビニル系混合物100重量部に対して、(a)エチレンー酢酸ビニル系樹脂を1~35重量部と、(b)メルカプト錫系熱安定剤、マレエート錫系熱安定剤、およびラウレート錫系熱安定剤からなる群の内から選択される少なくとも1種の熱安定剤を0.2~5.0重量部と、(c)カドミウムや鉛を含有しない金属石鹸系滑剤、ポリエチレン系滑剤、およびペンタエリスリトール系滑剤からなる群の内から選択される少なくとも1種の滑剤を0.2~5.0重量部とを配合してなる塩化ビニル系樹脂組成物を溶融紡糸する請求項7記載の塩化ビニル系繊維の製造方法。
- 11.塩化ビニル系樹脂100重量部に対して、(a)エチレン-酢酸ビニル系樹脂を1~35重量部と、(b)メルカプト錫系熱安定剤、マレエート錫系熱

安定剤、およびラウレート錫系熱安定剤からなる群の内から選択される少なくとも1種の熱安定剤を0.2~5.0重量部と、(c)カドミウムや鉛を含有しない金属石鹸系滑剤、ポリエチレン系滑剤、およびペンタエリスリトール系滑剤からなる群の内から選択される少なくとも1種の滑剤を0.2~5.0重量部とを配合してなる塩化ビニル系樹脂組成物を溶融紡糸する請求項7記載の塩化ビニル系繊維の製造方法。

- 12. 塩化ビニル系樹脂系組成物を溶融紡糸するに際し、1ケのノズル孔の断面積が0.5 mm²以下のノズル孔から溶融·流出せしめる請求項7記載の塩化ビニル系繊維の製造方法。
- 13.塩化ビニル系樹脂系組成物を溶融紡糸するに際し、1ケのノズル孔の断面積が0.5mm²以下のノズル孔から溶融·流出せしめ、300デニール以下の未延伸糸を製造し、次いで、この未延伸糸に延伸処理、熱処理を施して、100デニール以下の繊維とする請求項7記載の塩化ビニル系繊維の製造方法。
- 14. 塩化ビニル系樹脂組成物をノズル圧力500Kg/cm²以下、樹脂温度195℃以下で、ノズル孔から溶融·流出せしめると同時に、紡糸ドラフト比を25以下の条件下で、未延伸糸を引取る請求項7記載の塩化ビニル系繊維の製造方法。
- 15. 溶融紡糸のダイ先端部に使用するノズルに存在するノズル孔が、50~300ケであり、該ノズル孔が、円状、楕円状、長方形状、または正方形状に配列され、隣接するノズル孔の中心間(異形断面形状にあっては、該断面の重心間)の距離が、少なくとも0.8 mm以上となる様に配列されているノズルを使用する請求項7記載の塩化ビニル系繊維の製造方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP98/00964

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl ⁶ D01F6/48						
	According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC					
	S SEARCHED	1 100				
	Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl ⁶ D01F6/08-6/10, D01F6/48					
Documentat	ion searched other than minimum documentation to th	e extent that such documents are included	d in the fields searched			
Electronic d DERW	ata base consulted during the international search (namENT WPI file 352	ne of data base and, where practicable, se	earch terms used)			
<u> </u>						
C. DOCU	MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT					
Category*	Citation of document, with indication, where ap		Relevant to claim No.			
A	JP, 63-303110, A (Teijin Ltd December 9, 1988 (09. 12. 88 Claims (Family: none)		1-15			
A	JP, 4-153310, A (Kohjin Co., May 26, 1992 (26. 05. 92),		1-15			
	Claims & WO, 9207125, A1 & & EP, 505578, A1	AU, 9186609, A	,			
A	JP, 6-184813, A (Societe Rho July 5, 1994 (05. 07. 94), Claims & EP, 530119, Al & & CA, 2076586, A & JP, 253 & EP, 530119, Bl	FR, 2680525, A1	1-15			
A	JP, 47-34543, A (Toagosei Ch Co., Ltd.), November 21, 1972 (21. 11. 7 Claims (Family: none)	-	1-15			
Furthe	er documents are listed in the continuation of Box C.	See patent family annex.				
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance earlier document but published on or after the international filing date document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "A" later document published after the international filing date or prioridate and not in conflict with the application but cited to understand document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive sterm when the document is taken alone document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive sterm when the document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive sterm when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art document member of the same patent family Date of the actual completion of the international search Date of the international filing date or prioridate and not in conflict with the application but cited to understand document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive sterm when the document is accombined with one or more other such documents, such combination document member of the same patent family						
	2, 1998 (02. 06. 98) nailing address of the ISA/	June 9, 1998 (09. (06. 98)			
	nese Patent Office	Addition the control of the control				
Facsimile N	io.	Telephone No.	,			

	属する分野の分類(国際特許分類(IPC)) Cl° D01F6/48		,
B. 調査を行	テった分野		14.00
調査を行ったよ	最小限資料(国際特許分類(IPC))		
Int.	$C1^{\circ}$ $D01F6/08-6/10$, $D0$	1 F 6 / 4 8	
		<u> </u>	
最小限資料以外	外の資料で調査を行った分野に含まれるもの		
	用した電子データベース(データベースの名称、 RWENT WPI file352	調査に使用した用語)	
			
	5と認められる文献		89.44.1.4
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連する。	ときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	│ J P, 6 3 − 3 0 3 1 1 0, A(帝) │ 9. 1 2月. 1 9 8 8(0 9. 1 2.	人株式会社), 88)	1 - 15
	特許請求の範囲(ファミリーなし)		
A	JP, 4-153310, A (株式:	会社興人),	1 - 15
	26.5月.1992(26.05. 特許請求の範囲	92),	·
	&WO, 9207125, A1	&AU, 9186609, A	
	&EP, 505578, A1	a.	
x C欄の続き	 きにも文献が列挙されている。		 新を参昭
			100
	ワカテゴリー 車のある文献ではなく、一般的技術水準を示す。	の日の後に公表された文献 「T」国際出願日又は優先日後に公表る	された文献であって
もの 「F」先行する	************************************	て出願と矛盾するものではなく、	発明の原理又は理
の		論の理解のために引用するもの「X」特に関連のある文献であって、	当該文献のみで発明
	it張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 くは他の特別な理由を確立するために引用する	の新規性又は進歩性がないと考え 「Y」特に関連のある文献であって、	
文献(現	里由を付す)	上の文献との、当業者にとって	自明である組合せに
	tる開示、使用、展示等に言及する文献 質日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	よって進歩性がないと考えられる 「&」同一パテントファミリー文献	5もの
国際調査を完了	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	国際調査報告の発送日	
	02.06.98	09.06.98	
国際調査機関の		特許庁審査官(権限のある職員)	3B 9158
日本国	国特許庁 (ISA/JP)	澤村 茂実 印	
	耶便番号100-8915 『千代田区霞が関三丁目4番3号	電話番号 03-3581-1101	内線 3320

 C(続き).	関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連	する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, 6-184813, A (ソシエテ ロビル) 5.07月.1994 (05.07.94), 特許請求の範囲 &EP, 530119, A1 &FR, 2680 &CA, 2076586, A &JP, 2535 &EP, 530119, B1	525. A1	1-15
Α	JP, 47-34543, A (東亜合成化学株式会21.11月.1972 (21.11.72), 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	社),	1-15
		·	
·			